

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-90310

(43) 公開日 平成7年(1995)4月4日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 2 2 F 1/02		D		
		G		
C 0 9 D 11/00	PSV			

G 0 3 G 9/ 08 3 0 1

3 8 1

審査請求 有 請求項の数 4 F D (全 6 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平5-252170

(22) 出願日 平成5年(1993)9月16日

(71) 出願人 000227250

日鉄鉱業株式会社

東京都千代田区丸の内2丁目3番2号

(72) 発明者 新子 貴史

東京都三鷹市下連雀8丁目10番16号 日鉄  
鉱業株式会社内

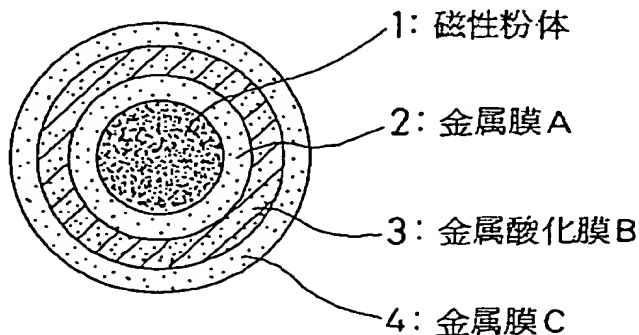
(74) 代理人 弁理士 萩野 平 (外3名)

(54) 【発明の名称】 表面に多層膜を有する粉体およびその製造方法

(57) 【要約】

【目的】 金属又は金属化合物粉体の表面に皮膜を形成して、核になる金属又は金属化合物粉体が備えている性質の他に別の性質を付与して機能性の高い粉体を開発すること。

【構成】 フェライト、酸化クロムなどの磁性体粉体の表面に金属酸化物の被覆膜を形成し、その上に金属コバルトや金属銀の被覆膜を形成して十分に白色の磁性粉体を得ることや金属銀や金属銅のような熱伝導性の良い金属粉体に金属膜及び金属酸化物膜を交互に複数層設けることにより熱伝導性の良い絶縁性粉体が得られる等、金属および金属化合物粒子の表面に金属膜及び金属酸化物膜を交互に複数層設けることにより機能性の高い粉体を開発することができる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 金属粉体又は金属化合物粉体の表面に、1 層当たり均一な 0.01~20  $\mu\text{m}$  の厚みの金属膜及び金属酸化物膜を交互に複数層有することを特徴とする粉体。

【請求項 2】 磁性を有する金属粉体又は金属化合物粉体の表面に、1 層当たり均一な 0.01~20  $\mu\text{m}$  の厚みの金属膜及び金属酸化物膜を交互に複数層有することを特徴とする磁性を有する粉体。

【請求項 3】 金属アルコキシド溶液中に、金属膜を有するあるいは有しない金属粉体又は金属膜を有する金属化合物粉体を分散し、該金属アルコキシドを加水分解することにより、前記金属粉体又は金属化合物粉体の表面に金属酸化物膜を形成させ、前記金属酸化物膜を形成させた金属粉体又は金属化合物粉体の表面に金属膜を形成することを特徴とする表面に金属酸化物膜及び金属膜を交互に有する粉体の製造方法。

【請求項 4】 金属アルコキシド溶液中に、いずれも金属膜を有するあるいは有しない磁性を有する金属粉体又は金属膜を有する金属化合物粉体を分散し、該金属アルコキシドを加水分解することにより前記金属粉体又は金属化合物粉体の表面に金属酸化物膜を形成させ、前記金属酸化物膜を形成させた金属粉体又は金属化合物粉体の表面に金属膜を形成することを特徴とする表面に金属酸化物膜及び金属膜を交互に有する磁性粉体の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は表面に多層膜を有し、複合機能を発揮する金属粉体又は金属化合物粉体に関するものであり、特に表面に多層膜を有し、カラー磁性トナーやカラー磁性インキ等のカラー磁性材料原料となる磁性粉体に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】物品の表面に保護や装飾のために膜を形成する被覆技術には、塗着法、沈着法、スパッタリング、真空蒸着法、電着法や陽極酸化法等多くの手段が知られているが、塗着法や沈着法では膜の厚みを均一にすることが困難であり、スパッタリングや真空蒸着法では膜厚の厚い皮膜を得ることが困難である。また、電着法や陽極酸化法は被処理物を電極とする関係上粉体の処理には向かない。

【0003】特開平 3-271376 号公報には、非金属物体である雲母にメタリック光沢を持たせる目的で焼成還元法により銀皮膜を雲母上に形成することが示されているが、高温で熱処理するため本工程は一般の粉末の処理に適合できない。特開平 1-119062 号公報には、粉体に導電率を上げることを目的として、粉体に銀被覆をする技術が開示されている。また、金属表面技術第 17 巻 8 号 299 頁以降 1966 年には、板状物体をコバルト錯塩水溶液中に浸漬し、コバルト錯イオンを還

元して、板状物体に金属コバルト膜を設ける無電解メッキ法についての技術が開示されている。しかし、これら技術には複数の層を設けることは全く触れられていない。

【0004】金属粉体又は金属酸化物粉体の表面に金属の被覆膜を形成する方法については、例えば特開平 3-271376 号公報に金属コバルト、金属ニッケル、金属鉄などの金属、あるいはフェライト、酸化クロムなどの金属酸化物の粉体の表面に湿式で水溶性コバルト塩を還元して金属コバルトの被覆膜を形成する方法が、また特開平 3-274278 号公報に金属コバルト、金属ニッケル、金属鉄などの金属、あるいはフェライト、酸化クロムなどの金属酸化物の粉体の表面に湿式で水溶性銀塩を還元して金属銀の被覆膜を形成する方法を提示している。

【0005】金属粉体の表面に金属酸化物の被覆膜を形成する方法については、同種の金属酸化物の皮膜を形成する場合にはその金属粉体を酸化雰囲気中に置けばよいが、微細な金属粉体を酸化雰囲気中に置くと急速に酸化が進み温度が上昇して甚だしい場合は発火におよぶことがある等一般に反応が速く、緻密な酸化皮膜が得難い。また緻密な酸化皮膜を生成させようとするこの方法では膜厚を厚くすることは困難である等、緻密な膜を均一に希望する膜厚に生成させることは容易ではない。金属粉体の表面にその金属とは異種の金属酸化物の皮膜を形成することはより困難である。金属粉体又は金属酸化物粉体の表面に、その構成金属とは異種の金属酸化物の皮膜を形成する方法として、例えば金属酸化物となる金属の塩水溶液中に被覆処理される金属粉体又は金属酸化物粉体を浸漬して、上記したように該金属塩を還元して金属を析出させ、これを加熱する等して酸化物に変化させる方法では緻密な膜を生成させることはできない。先に、本発明者は金属粉体又は金属酸化物粉体を金属アルコキシド溶液中に分散し、該金属アルコキシドを加水分解することにより、金属酸化物の皮膜を形成する方法を発明し特許出願した（特願平 5-40678 号）。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】上記したように、本発明者は金属粉体又は金属化合物粉体（以下には紛らわしくない時には金属又は金属化合物粉体とする）の表面に金属又は金属酸化物の皮膜を形成して、核になる金属又は金属化合物粉体が備えている性質の他に別の性質を付与して機能性の高い金属又は金属化合物粉体を開発することに努めてきた。しかしながら、例えばカラー磁性トナーやカラー磁性インキ等のカラー磁性材料原料となる白色の磁性粉体を得るために上記特開平 3-271376 号公報や特開平 3-274278 号公報に記載したように金属鉄、フェライト、酸化クロムなどの磁性体粉体の表面に金属コバルトの被覆膜を形成したり、また金属銀の被覆膜を形成する方法では相当に被覆膜の厚味を厚

くしなければならず、厚くしてもなお十分に白色の磁性粉体を得るには至らない等、粉体に単層の被覆膜を形成して良質の機能性粉体を得ることは困難である。

【0007】鋭意研究の結果、十分に白色の磁性粉体を得ることは、例えば金属鉄、フェライト、酸化クロムなどの磁性体粉体の表面に先ず金属膜を形成し、その上に金属酸化物の被覆膜を形成し、その上に金属コバルトや金属銀の被覆膜を形成する方法など、金属膜及び金属酸化物膜を交互に複数層設けることにより達成されることを見出した。さらには、核になる金属粉体に熱伝導性の良い金属銀や金属銅を使用しその表面に金属膜及び金属酸化物膜を交互に複数層設けることにより熱伝導性の良い絶縁性粉体が得られ、しかも電気絶縁層が金属粉体に強固に密着している粉末を提供することができることなど、複合機能を発揮する粉体を得られることが判明し、本発明に到達した。

【0008】

【課題を解決するための手段】すなわち、本発明の目的である複合機能を発揮する粉体は、金属粉体又は金属化合物粉体の表面に、1層当たり均一な0.01~20 $\mu$ mの厚みの金属膜及び金属酸化物膜を交互に複数層有することを特徴とする粉体により得られ、特に、カラー磁性トナーやカラー磁性インキ等のカラー磁性材料原料となる優れた白色の磁性粉体は磁性を有する金属粉体又は金属化合物粉体の表面に、1層当たり均一な0.01~20 $\mu$ mの厚みの金属膜及び金属酸化物膜を交互に複数層有することを特徴とする磁性を有する粉体により得られる。

【0009】上記金属膜及び金属酸化物膜を交互に複数層有する粉体は、金属アルコキシド溶液中に、金属膜を有するあるいは有しない金属粉体又は金属膜を有する金属化合物粉体を分散し、該金属アルコキシドを加水分解することにより、前記金属粉体又は金属化合物粉体の表面に金属酸化物膜を形成させ、前記金属酸化物膜を形成させた金属粉体又は金属化合物粉体の表面に金属膜を形成することを特徴とする表面に金属酸化物膜及び金属皮膜を交互に有する粉体の製造方法。特に上記カラー磁性材料原料となる優れた白色の磁性粉体は、金属粉体又は金属化合物粉体の表面に先ず金属膜を形成し、次いで該金属膜を被覆した磁性粉体を金属アルコキシド溶液中に分散し、該金属アルコキシドを加水分解することにより、金属被覆を有する粉体の表面に金属酸化物膜を形成させ、該金属酸化物膜を形成させた金属粉体又は金属化合物粉体の表面に金属膜を形成することにより製造することができる。勿論、反射率の大きい金属粉体を核とする場合には、最初の金属膜を被覆する工程を省略しても、金属酸化物膜や最上層の金属膜の種類や層の厚さを選択することにより優れた白色の磁性粉体を製造することができる。

【0010】また、本発明において上記金属膜及び金属

酸化物膜を交互に複数層有するとは、粒子の表面に金属膜と金属酸化物膜あるいはその逆の順に膜が少なくとも2層存在すれば良い。また、本発明の上記金属及び金属化合物において、金属とは金属合金を含むことを意味する。すなわち、鉄と記載した場合、鉄・ニッケルや鉄・コバルト合金を含み、また鉄窒化物と記載した場合、鉄・ニッケル合金窒化物や鉄・ニッケル・コバルト合金窒化物を含み、さらに酸化鉄には鉄・ニッケル合金酸化物や鉄・ニッケル・コバルト合金酸化物を含むことを意味する。また、金属アルコキシドも混合金属アルコキシドを含み、例えば、バリウムアルコキシド中にはカルシウムアルコキシドを含んでも良い。

【0011】本発明において、金属又は金属化合物粉体の表面に金属膜を設ける手段としては、上記無電解メッキ法による他、接触電気メッキ法によって設けることもでき、またスパッタリング法によって設けることもできる。しかしながら、接触電気メッキ法では粉体が電極に接触しないときにはメッキされず、スパッタリング法においては、粉体に金属蒸気が均一に当たらず、いずれの方法も各粉体ごとに被覆される膜厚が異なる。これに対し無電解メッキによる皮膜形成法では緻密で均一な膜を形成でき、かつ膜厚の調節がし易いので好ましい。以下には主として無電解メッキによる皮膜形成法により説明するが、他の皮膜形成法を制限するものではない。

【0012】本発明において、粉体の核となる金属としては、鉄、ニッケル、クロム、チタン、アルミニウム等、どのような金属でもよいが、その磁性を利用するものにおいては、鉄等磁性を帯びるものが好ましい。これらの金属は合金でも良く、前記の磁性を有するものであるときには、強磁性合金を使用することが好ましい。本発明の製造工程は粉体の核が金属の場合、通常はその表面に先ず金属酸化物膜を生成させ、次いで金属膜を設け、必要に応じてさらに金属酸化物層を生成させる等という工程となるが、金属酸化物層が粉体構成金属に接着し難い場合には、上記したように核の金属の表面に先ず金属膜を設けても良い。

【0013】粉体の核が金属化合物の場合はその、表面に先ず金属膜を生成させ、次いで金属酸化物膜を生成させるという工程となり、次いで金属膜を設け、続いて金属酸化物膜を設けるという工程となるのが一般的である。本発明において、粉体の核となる金属化合物としては、金属あるいは金属合金窒化物、金属あるいは金属合金炭化物及び金属酸化物等を挙げることができ、具体的には鉄窒化物、鉄とニッケルあるいは鉄とコバルト等の鉄系合金の窒化物及び金属酸化物等が好ましい。また金属酸化物としては例えば鉄、ニッケル、クロム、チタン、アルミニウム、ケイ素等の他カルシウム、マグネシウム、バリウム等の酸化物あるいはこれらの複合酸化物でも良い。これらの粉体の核は、その粒径については特に限定するものではないが、0.01 $\mu$ m~数mmの範

咽のものが好ましい。

【0014】粉体の表面に被覆膜を構成する金属酸化物としては、例えば、鉄、ニッケル、クロム、チタン、亜鉛、アルミニウム、カドミウム、ジルコニウム、ケイ素等の他カルシウム、マグネシウム、バリウム等の酸化物を用いることができる。この金属酸化物の種類は、その粉体の表面に付与しようとする性質に応じてそれに適するものが選択される。

【0015】金属被覆膜を生成するに際しては、その金属の錯塩の水溶液中に、金属粉体や金属化合物粉体を分散させ、粉体の存在下に金属の錯塩を還元すると金属粉体の表面に金属被覆膜が生成する。上記金属錯塩は、金属の水溶性塩に錯化剤を加えて生成する。その例としては、硝酸銀にアンモニア水を加える場合あるいは硫酸コバルトにクエン酸ナトリウムや酒石酸カリウムの水溶液を加えて生成する場合を挙げることができる。

【0016】金属酸化物を生成するに際しては、その金属酸化物の成分である金属のアルコキシドの溶液中に、金属、金属化合物または金属の表面にさらに金属被覆膜を生成させた粉体を分散し、金属アルコキシドを加水分解することにより、前記粉体の表面上にその金属の酸化物を生成させる。この加水分解による金属の酸化物を生成させる方法は、いわゆるゾルーゲル法と呼ばれ、微細で均一な組成の酸化物が形成されるが、この方法を粉体に適用することにより、均一で厚さの厚い膜が得られる。金属アルコキシドとしては、亜鉛、アルミニウム、カドミウム、チタン、ジルコニウム、タンタル、ケイ素等必要な金属酸化物に対応する金属のアルコキシドが選択される。磁性トナー用の磁性粉体を作成するには、表面の金属酸化物として、チタン、ケイ素の酸化物を形成させる例が多く、この場合はケイ素又はチタンのアルコキシドが使用される。

【0017】金属アルコキシドは、水により分解するため、有機溶媒の溶液として使用される。有機溶媒は、アルコール、例えばエタノール、メタノール等、ケトン類等が使用される。有機溶媒は脱水したものを使用することが好ましい。金属アルコキシド溶液の濃度は、溶解する金属アルコキシドの種類や有機溶媒の種類によって変わるが、最適な条件を設定する。金属アルコキシド溶液の濃度と金属アルコキシド溶液の粉体に対する使用量により、粉体上の金属酸化物膜の厚さが決まる。

【0018】この金属アルコキシド溶液に金属又は金属化合物粉体を分散し、それに水を加えて金属アルコキシドを加水分解して金属酸化物を生成させると共に、それを前記粉体上に析出させて、金属酸化物膜を生成させる。この金属酸化物膜が生成した粉体は、溶液から取り出し、乾燥すると、強固な金属酸化物膜が得られる。この金属酸化物膜の生成を具体的に行うに当たっては、前記粉体を脱水したアルコール中に分散させ、充分攪拌しながら金属アルコキシド溶液を加えて混合し、この均一

混合物に徐々にアルコールと水の混合液を添加して、金属アルコキシドを加水分解し、粉体表面上に金属酸化物を析出させる。この粉体表面に被覆された金属酸化物膜を乾燥することにより被覆粉体が得られる。乾燥は真空乾燥することが好ましい。

【0019】金属アルコキシドの加水分解においては、まず金属酸化物のゾルが生成し、その後ゲル化するが、加水分解反応後、暫くおくとゲル化が進行し、場合によっては乾燥によりゲル化が完了する。その反応において、粉体の表面に前記のゾルが生成するため、連続した膜が形成され、それにより容易に厚さが均一で、組成も均一であり、強固な金属酸化物膜が形成されるものと考えられる。このような性質を有する金属酸化物膜は従来の沈着法等によっては得られないものである。前記加水分解反応においては、水の量が多いと、反応速度が早く、微細な金属酸化物粒子が形成され易いが、反応を緩やかにするためアルコールアミン類などを添加することができる。また、前記反応を促進するため、酸類、アミン類などの触媒を使用することもできる。この粉体の製造方法においては、単に金属粉体の表面を酸化して得る金属酸化物膜とは違った優れた性質の金属酸化物膜が得られる。

【0020】このようにして製造した、表面に金属酸化物膜を有する金属又は金属化合物粉体は、それを構成すべく選択した粉体の金属又は金属化合物の材質、及び表面の膜の金属酸化物の材質により、種々の性質を合わせ持つので、それぞれの用途に用いることができる。例えば、粉体として磁性体の金属鉄、窒化鉄、四三酸化鉄などを用い、その上の膜として金属に比べて屈折率のより低い酸化ケイ素や酸化チタン等を用い、その外膜としてより屈折率の高い金属銀の層を用いれば、白色度の高い磁性粉が得られる。また、粉体の核として銀、銅あるいはアルミニウムを核として金、白金、銀等の金属層を設け、該金属層の上に金属酸化物として酸化アルミニウムを用いれば、電気絶縁性の表面層を有する熱伝導性粉体が得られる。

【0021】例えば、物体の表面に、屈折率の異なる被覆を、膜の物質の屈折率と膜の厚さとの積が電磁波の4分の1に相当する厚さだけ設けると、干渉により光は大部分反射（フレネル反射）され、この作用を利用し、例えば鉄、コバルト、ニッケルなどの金属粉末あるいは合金粉末、あるいは窒化鉄の粉末などの磁性体を芯とし、この表面に膜の物質の屈折率と膜の厚さとの積が可視光の4分の1波長の厚さの銀あるいはコバルト等の高い反射率の金属層を設け、さらに外側に金属より屈折率の低い酸化ケイ素や酸化チタンのような酸化物層を、同じく酸化物の屈折率と膜の厚さとの積が可視光の4分の1波長の厚さ設け、さらにその上に厚さが物質の屈折率と膜の厚さとの積が可視光の4分の1波長の厚さの銀あるいはコバルト等の高い反射率の金属層を被覆することによ

り光を反射して、白色に輝いた磁性トナー用磁性粉体を製造することができる。また、製造された粉体を不活性ガス雰囲気の中で温度100℃～500℃で熱処理することにより、さらに強固で白色度の高い粉体とすることができる。上記、粉体を熱処理する場合、熱処理された粉体の各層において物質の屈折率と膜の厚さとの積が可視光の4分の1波長の厚さになる条件が満たされなければならない。

【0022】さらにその粉体の上に着色層を設け、さらにその上に樹脂層を設ければ、カラー磁性トナーを製造することができる。なお、可視光の波長は幅があるもので、磁性トナーを構成する粒子の酸化物と金属の各層の厚さは、物質の屈折率と膜の厚さとの積が可視光の4分の1波長の厚さに近い範囲で多少異なるようにしたものを交互に複数設けてもよい。図1は、そのような粉体粒子を断面図により説明するものであって、磁性粒子1を芯とし、その表面上に2の金属膜Aと3の金属酸化物膜Bがそれぞれ交互に複数設けられ、その最外殻は金属膜になっている。

【0023】上記のようにして得られた磁性トナーの利用方法について概略説明する。例えば、ポリエステルフィルムの上に金属蒸着層を設けて導電層とし、その上にアクリル樹脂などのバインダー中に例えば酸化亜鉛のような光導電性半導体の微粒子、光増感色素、色増感剤や分散助剤などを分散し、塗布して形成した光導電層を設けた感光体を用意する。上記感光体上に均一にコロナ帯電を与え、複写すべき画像からの反射光を上記帯電感光体に照射すると、感光体上に原画像のポジ荷電像が形成される。このポジ荷電像に磁気ブラシから、上記ポジ荷電像と反対に帯電した本発明の磁気粉体からなる磁気トナーを、感光体に付着させ、付着しない部分の磁気トナーを除くと、感光体上に原画像に対応する磁気トナー像が得られる。この磁気トナー像を紙等に転写し、定着させると紙上に複写画像が得られる。紙が白色であって、本発明の粉体を原料として着色された磁性トナーがカラーであった場合には従来にはない新規な複写画像となる。

#### 【0024】

【実施例】上記、本発明の金属粉体の表面に、金属膜及び金属酸化物膜を交互に複数層有する粉体を製造する例を以下に実施例を示して説明する。しかし本発明は以下40の実施例によって制限されるものではない。

#### 【0025】実施例1

金属膜の形成：先ず銀液と還元液を調整する。銀液は以下に示す組成である。

硝酸銀 3.75g  
アンモニア水 沈殿が再溶解するまで  
水 65ミリリットル  
水酸化ナトリウム 2.7g/65ミリリットル  
銀液の調整法：硝酸銀3.75gを水30ミリリットルに溶解し、比重0.88のアンモニア溶液を加えると、50

黒褐色の酸化銀が沈殿する。この沈殿にアンモニア水を追加すると、銀とアンモニアの錯体を形成し溶解する。これを銀液とする。

還元液組成：

ブドウ糖 4.5g  
酒石酸 4g  
アルコール 100ミリリットル  
水 1000ミリリットル

還元液は水1000ミリリットルにブドウ糖および酒石酸を順次溶解した後、10分間煮沸し、常温まで冷却した後、アルコールを加える。還元液の還元能力は調製後1週間位が最も良く、予め用意して置くのが良い。

【0026】この銀液130ミリリットルにカルボニル鉄粉75gを入れ、十分に攪拌し分散させた後、還元液130ミリリットルを加え攪拌を行う。得られた金属被覆粉体Aを蒸留水で洗浄し、濾過した後、室温で8時間真空乾燥する。この金属被覆粉体Aの全銀(Ag)量は2.3gであり、それから予想される膜厚は0.015μmであった。

【0027】次に、乾燥した金属被覆粉体Aに酸化物皮膜を施す。

膜形成方法：チタンエトキシド72gをエタノール300ミリリットルに溶解した溶液中に金属被覆粉体A75gを加え十分攪拌する。なお、使用するエタノールは1昼夜以上モレキュラーシーブ3A1/8で十分脱水する。次に、この溶液を攪拌しながら、予め用意して置いたエタノール300gに対し蒸留水36gを混合した含水アルコール溶液を徐々に滴下する。滴下終了後、5時間攪拌し、アルコール溶液を濾別し真空乾燥機で室温で8時間真空乾燥する。乾燥して被覆粉体Bを得る。被覆粉体Bの全TiO<sub>2</sub>量は25gであり、それから予想される膜厚は0.5μmである。

【0028】再度銀液と還元液を調整する。銀液の調整量は下記の通りである。調整方法は前記の通りである。また還元液の組成および調整方法は前記の通りである。

硝酸銀 4.75g  
アンモニア水 沈殿が再溶解するまで  
水 83ミリリットル  
水酸化ナトリウム水溶液 3.41g/83ミリリットル

この銀液166ミリリットルに被覆粉体B75gを入れ、十分に攪拌し分散させた後、還元液166ミリリットルを加え攪拌を行う。5分間程経つと銀が析出し、15分間程で析出が完全に終了する。得られた金属被覆粉体Cを蒸留水で洗浄し、濾過した後、室温で8時間真空乾燥する。この金属被覆粉体Cの全Ag量は5.2gであり、前回のAg被覆量を減じた量、すなわち最外殻のAg量は2.9gであり、それから予想される膜厚は0.015μmであった。かくして得られた金属被覆粉体Cについて、白度計を用いて測定した反射率は78で

あった。比較のため、原料のカルボニル鉄粉について測定した反射率は43であり、被覆を施すことにより、反射率が大幅に向上した。

【0029】比較例1 (最終膜の膜厚を非常に薄くした場合)

実施例1と同様にして得られた被覆粉体B75gを、予め用意しておいた銀液30ミリリットルと水136ミリリットルの混合溶液に分散させた後、還元液166ミリリットルを加え、銀膜の析出が終わるまで1時間放置した。結果、この被覆粉体の全Ag量は2.8gであり、前回のAg被覆量を減じた量、すなわち最外殻のAg量は2.9gであり、それから予想される膜厚は0.003 $\mu$ mであった。しかし、金属被覆粉体Cは、暗い青灰色の粉末となり、目的の白色にはならなかった。これは、金属被覆粉体Cの最外殻が非常に薄いため、吸収が起こり、光が反射されなかったためと考えられる。

【0030】

【発明の効果】本発明により、複数の性質を合わせ持ち、複合した機能を果たし得る金属又は金属化合物粉体

を得ることができる。そして、この粉体は従来得られていない金属膜及び金属酸化物膜を交互に複数層を設けることにより、特異な性質を与えることができ、例えば白色の粉体を得ることができる。また、その金属膜及び金属酸化物膜は、厚さが均一でかつ結合が強固であるので、剥離しがたく、有用な表面層を構成することができる。具体的用途として、白色の磁性トナー用磁性粉体や、電気絶縁性を備えた熱伝導性粉体などが得られ、後者は半導体の封止材用樹脂に用いられる充填材料あるいは電子部品の絶縁放熱を目的とした放熱シートなどに用いられる。

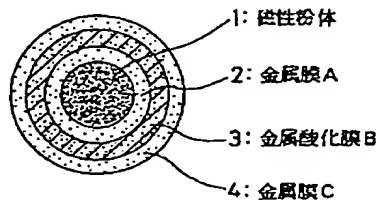
【図面の簡単な説明】

【図1】本発明のカラー磁性トナーの断面図

【符号の説明】

- 1 磁性粉体
- 2 金属膜A
- 3 金属酸化物膜B
- 4 金属膜C

【図1】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. <sup>6</sup>

C 2 3 C 18/00

18/52

G 0 3 G 9/083

9/087

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

B